

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

10/030,925

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

3

Applicant's or agent's file reference 2213-PCT	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/DE00/03690	International filing date (day/month/year) 20 October 2000 (20.10.00)	Priority date (day/month/year) 21 October 1999 (21.10.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C04B 18/02		
Applicant RHEIN-CHEMOTECHNIK GMBH GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCH-TECHNISCHE ERZEUGNISSE		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of <u>4</u> sheets, including this cover sheet.  <input type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).  These annexes consist of a total of _____ sheets.
3. This report contains indications relating to the following items:  I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report II <input type="checkbox"/> Priority III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application VIII <input type="checkbox"/> Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 17 May 2001 (17.05.01)	Date of completion of this report 27 July 2001 (27.07.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP  Facsimile No.	Authorized officer  Telephone No.



# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/DE00/03690

## I. Basis of the report

### 1. With regard to the elements of the international application:\*

☐ the international application as originally filed

☒ the description:

pages \_\_\_\_\_ 1-7 \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

☒ the claims:

pages \_\_\_\_\_ 1-7 \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

☒ the drawings:

pages \_\_\_\_\_ 1/1 \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

☐ the sequence listing part of the description:

pages \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

### 2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).

☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).

☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

### 3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

☐ contained in the international application in written form.

☐ filed together with the international application in computer readable form.

☐ furnished subsequently to this Authority in written form.

☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.

☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.

☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

### 4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

☐ the description, pages \_\_\_\_\_

☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_

☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

### 5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.



# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.  
PCT/DE 00/03690

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

### 1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-7	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-7	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-7	YES
	Claims		NO

### 2. Citations and explanations

1. This report makes reference to the following documents:

D1: US-A-5 002 609 (RADEMACHERS JAKOB ET AL) 26 March 1991 (1991-03-26)

D2: US-A-5 215 583 (LINDE GUENTER ET AL) 1 June 1993 (1993-06-01)

D3: DE-A-197 31 698 (BROCKHUES CHEM WERKE AG) 28 January 1999 (1999-01-28), cited in the application.

According to D1, it is known to produce pigment granulates for coloring concrete by means of spray drying pigment suspensions and then heating the granulates to temperatures of 400-800°C. The cohesion of the pigment particles within the granulate is created by the caking during heating. The presence of a bonding agent does not appear to be necessary.

In the pigment granulates known from D2 and D3, soluble salts or wetting agents act as binding agents.



**INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**

International application No.

PCT/DE 00/03690

2. In contrast to that, the pigment granulates according to the invention are two-phased. They consist of a binding agent-free core and a shell that holds this core together.

The principle of this configuration is not known, according to the available prior art, in the technical field relating to pigment granulation.

3. It is therefore convincing that this principle is the basis for a very suitable method for producing pigment granulates, especially for the coloring of concrete. This technical effect therefore involves an inventive step.

The above comments regarding novelty and inventive step also apply to the product claims and the method claims.



1

1



## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Commissioner  
US Department of Commerce  
United States Patent and Trademark  
Office, PCT  
2011 South Clark Place Room  
CP2/5C24  
Arlington, VA 22202  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 31 July 2001 (31.07.01)	
International application No. PCT/DE00/03690	Applicant's or agent's file reference 2213-PCT
International filing date (day/month/year) 20 October 2000 (20.10.00)	Priority date (day/month/year) 21 October 1999 (21.10.99)
Applicant NOACK, Bernd et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

17 May 2001 (17.05.01)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was  
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer Maria Kirchner Telephone No.: (41-22) 338.83.38
---	--



VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT  
AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts <b>2213-PCT</b>	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen <b>PCT/DE 00/03690</b>	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) <b>20/10/2000</b>	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) <b>21/10/1999</b>
Anmelder  <b>VTI VERFAHRENSTECHNISCHES INSTITUT FÜR UMWELT ....</b>		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 2 Blätter.

☒ Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. Grundlage des Berichts

- a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

☐ Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das

☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.

☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.

☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3. ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfindung

☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☐ wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

5. Hinsichtlich der Zusammenfassung

☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☐ wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. 1

☐ wie vom Anmelder vorgeschlagen

☐ keine der Abb.

☒ weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.

☐ weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.



# INTERNATIONALES RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 00/03690

**A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**  
IPK 7 C04B18/02

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 C04B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, EPO-Internal

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 5 002 609 A (RADEMACHERS JAKOB ET AL) 26. März 1991 (1991-03-26) Spalte 1, Zeile 38 - Zeile 63; Anspruch 1; Beispiel 2 ---	1
A	US 5 215 583 A (LINDE GUENTER ET AL) 1. Juni 1993 (1993-06-01) Spalte 2, Zeile 36 - Zeile 53; Beispiel 1 ---	1
A	US 5 797 988 A (SCHMIDT-PARK OLAF ET AL) 25. August 1998 (1998-08-25) Spalte 6, Zeile 18 - Zeile 38; Anspruch 1; Beispiel 1 ---	1
A	DE 197 31 698 A (BROCKHUES CHEM WERKE AG) 28. Januar 1999 (1999-01-28) in der Anmeldung erwähnt Spalte 5, Zeile 9 - Zeile 28; Anspruch 1 -----	1



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

4. April 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

11/04/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Rauscher, M



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 00/03690

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5002609 A	26-03-1991	DE 3910779 A	11-10-1990
		AU 630939 B	12-11-1992
		AU 5238490 A	11-10-1990
		DE 59000595 D	28-01-1993
		EP 0395872 A	07-11-1990
		JP 2286754 A	26-11-1990
		JP 2558916 B	27-11-1996
US 5215583 A	01-06-1993	DE 4119667 A	17-12-1992
		CA 2071049 A	15-12-1992
		DE 59203797 D	02-11-1995
		EP 0518152 A	16-12-1992
		JP 2553283 B	13-11-1996
		JP 5193999 A	03-08-1993
US 5797988 A	25-08-1998	DE 19638042 A	23-10-1997
		AU 710432 B	23-09-1999
		AU 1784597 A	23-10-1997
		AU 711243 B	07-10-1999
		AU 1784697 A	23-10-1997
		CA 2202705 A	18-10-1997
		CA 2202706 A	18-10-1997
		CN 1167786 A	17-12-1997
		CN 1168396 A	24-12-1997
		DE 19649756 A	23-10-1997
		EP 0802242 A	22-10-1997
		EP 0802241 A	22-10-1997
		JP 3130827 B	31-01-2001
		JP 10060302 A	03-03-1998
		JP 10060300 A	03-03-1998
		US 6079644 A	27-06-2000
DE 19731698 A	28-01-1999	AU 8542798 A	16-02-1999
		WO 9905074 A	04-02-1999
		EP 0999998 A	17-05-2000
		PL 337829 A	11-09-2000





# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Application No  
PCT/DE 00/03690

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C04B18/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 7 C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 002 609 A (RADEMACHERS JAKOB ET AL) 26 March 1991 (1991-03-26) column 1, line 38 - line 63; claim 1; example 2	1
A	US 5 215 583 A (LINDE GUENTER ET AL) 1 June 1993 (1993-06-01) column 2, line 36 - line 53; example 1	1
A	US 5 797 988 A (SCHMIDT-PARK OLAF ET AL) 25 August 1998 (1998-08-25) column 6, line 18 - line 38; claim 1; example 1	1
A	DE 197 31 698 A (BROCKHUES CHEM WERKE AG) 28 January 1999 (1999-01-28) cited in the application column 5, line 9 - line 28; claim 1	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- \*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

4 April 2001

Date of mailing of the international search report

11/04/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Rauscher, M

624

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Intern .nai Application No

PCT/DE 00/03690

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publicati n date
US 5002609 A	26-03-1991	DE 3910779 A	11-10-1990
		AU 630939 B	12-11-1992
		AU 5238490 A	11-10-1990
		DE 59000595 D	28-01-1993
		EP 0395872 A	07-11-1990
		JP 2286754 A	26-11-1990
		JP 2558916 B	27-11-1996
US 5215583 A	01-06-1993	DE 4119667 A	17-12-1992
		CA 2071049 A	15-12-1992
		DE 59203797 D	02-11-1995
		EP 0518152 A	16-12-1992
		JP 2553283 B	13-11-1996
		JP 5193999 A	03-08-1993
US 5797988 A	25-08-1998	DE 19638042 A	23-10-1997
		AU 710432 B	23-09-1999
		AU 1784597 A	23-10-1997
		AU 711243 B	07-10-1999
		AU 1784697 A	23-10-1997
		CA 2202705 A	18-10-1997
		CA 2202706 A	18-10-1997
		CN 1167786 A	17-12-1997
		CN 1168396 A	24-12-1997
		DE 19649756 A	23-10-1997
		EP 0802242 A	22-10-1997
		EP 0802241 A	22-10-1997
		JP 3130827 B	31-01-2001
		JP 10060302 A	03-03-1998
		JP 10060300 A	03-03-1998
		US 6079644 A	27-06-2000
DE 19731698 A	28-01-1999	AU 8542798 A	16-02-1999
		WO 9905074 A	04-02-1999
		EP 0999998 A	17-05-2000
		PL 337829 A	11-09-2000



(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
26. April 2001 (26.04.2001)

PCT

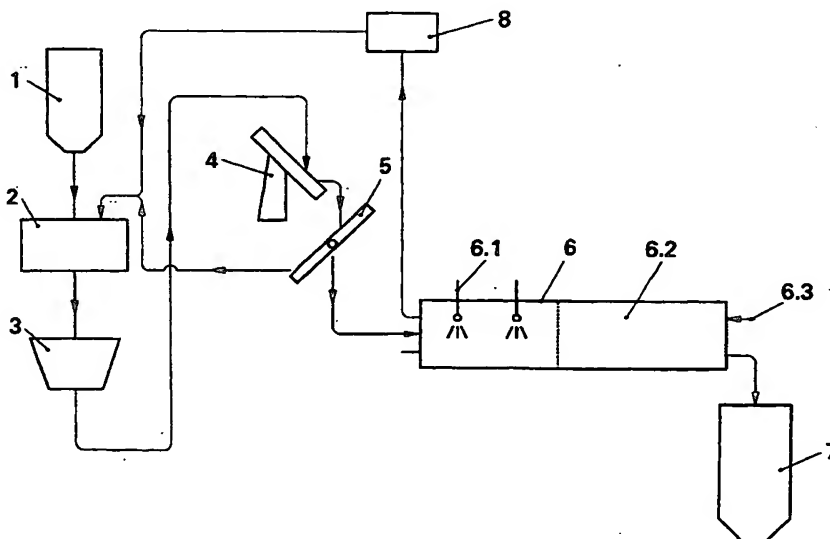
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 01/28954 A1**

- (51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **C04B 18/02** **ERZEUGNISSE** [DE/DE]; Industriegebiet 1, 53547 Breitscheid (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: **PCT/DE00/03690**
- (22) Internationales Anmeldedatum:  
20. Oktober 2000 (20.10.2000)
- (25) Einreichungssprache: **Deutsch**
- (26) Veröffentlichungssprache: **Deutsch**
- (30) Angaben zur Priorität:  
199 50 712.0 21. Oktober 1999 (21.10.1999) **DE**
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **RHEIN-CHEMOTECHNIK GMBH GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCH-TECHNISCHE**
- (72) Erfinder; und  
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **NOACK, Bernd** [DE/DE]; Ahornweg 21, 07318 Saalfeld (DE). **HERMANN, Bernd** [DE/DE]; Am Bürgerteich 2, 07907 Schleiz (DE).
- (74) Anwalt: **LIEDTKE, Klaus**; Postfach 10 19 16, 99019 Erfurt (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): **CA, CZ, PL, US.**
- (84) Bestimmungsstaaten (regional): **europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).**

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: **COLORING PIGMENT GRANULATES AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME**

(54) Bezeichnung: **FARBPIGMENTGRANALIEN UND VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG**



(57) Abstract: The invention relates to coloring pigment granulates and a method for producing the same. The aim of the invention is to provide a granulate and a method for economically producing the same. Said granulate disintegrates very quickly once added to a building material that is to be colored. To this end, the granulates are comprised of granulate cores which do not contain binding agents, which have a granular size ranging from 0.1 to 8 mm and which are enclosed by an enveloping layer made of a material that can be broken down. In addition, the granulates have a moisture content < 30 % and the granulates that do not contain binding agents are produced in a pregranulator, are compacted immediately after granulation and are subsequently subjected to a screening process. Lastly, the useful granular fraction that has been separated out during the screening process is enclosed with an enveloping material. The invention relates to coloring pigment granulates for coloring building materials, especially for coloring concrete, and to a method for producing coloring pigment granulates.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 01/28954 A1

**Veröffentlicht:**

- Mit internationalem Recherchenbericht.
- Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen.

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*

(57) Zusammenfassung: Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Granulat sowie ein Verfahren zur wirtschaftlichen Herstellung dieses Granulates anzugeben, welches sich nach seiner Zugabe in einen zu färbenden Baustoff mit hoher Geschwindigkeit aufzuschliessen vermag. Erfindungsgemäss gelingt die Lösung der Aufgabe dadurch, dass die Granalien aus bindemittelfreien Granalienkernen der Korngrösse 0,1 bis 8 mm bestehen, die mit einer Umhüllungsschicht aus einem zerstörbaren Material umgeben sind und dass die Granalien einen Feuchtegehalt  $< 30\%$  aufweisen und dass in einem Vorgranulator bindemittelfreie Granalien hergestellt, diese unmittelbar nach der Granulierung verdichtet, anschliessend einer Klassierung zugeführt werden und schliesslich die durch die Klassierung ausgesonderte Nutzkornfraktion mit einem Umhüllungsmaterial umhüllt wird. Die Erfindung betrifft Farbpigmentgranalien für das Einfärben von Baustoffen, insbesondere zum Einfärben von Beton, sowie ein Verfahren zur Herstellung von Farbpigmentgranalien.

5

FARBPIGMENTGRANALIEN  
UND VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG

10

Die Erfindung betrifft Farbpigmentgranalien für das Einfärben von Baustoffen,  
insbesondere zum Einfärben von Beton, sowie ein Verfahren zur Herstellung von  
Farbpigmentgranalien.

Üblicherweise werden Farbpulver für Betonfarben zur Erzielung einer guten  
Dosier- und Transportfähigkeit sowie zur Reduzierung der Staubentwicklung  
granuliert. Im Stand der Technik sind verschiedene Granalien zum Einfärben von  
Beton bekannt, wobei die Granalien zur Erzielung einer ausreichenden Granalien-  
festigkeit aus einem weitgehend homogenen Gemisch aus Farbpulver und einem  
Bindemittel hergestellt werden. Nachteilig bei diesen bekannten Granalien ist die  
aufgrund weitgehend homogener Bindemittelverteilung geringe Auflösegeschwin-  
digkeit. Bisher konnte eine Erhöhung der Auflösegeschwindigkeit zum Beispiel  
durch eine Reduzierung der Granaliengröße erzielt werden, was jedoch zu einer  
erhöhten Staubentwicklung beim Transport und bei der Verarbeitung führt.  
Außerdem ist der Zusatz von Dispergier- und Netzmitteln zu den Granalien  
erforderlich.

30

In DE 196 38 042 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung von anorganischen Press- oder Brikettiergranulaten aus anorganischen Pigmenten mit Hilfsmitteln beschrieben, bei dem ein oder mehrere Pigmente mit einem oder mehreren die Verarbeitbarkeit fördernden Hilfsmitteln vermischt werden, diese Mischung einem Press- oder Brikettierschritt unterworfen wird, dieses gepresste oder brikettierte Produkt zerkleinert wird, das zerkleinerte Produkt in zwei oder mehrere Fraktionen aufgetrennt wird, die Fraktion, in der mindestens 85% der Teilchen größer 80 µm, bevorzugt größer 100 µm, sind oder zwischen 80 und 2000 µm, bevorzugt zwischen 100 und 1000 µm, liegen, als Produkt entnommen wird und gegebenenfalls in einem weiteren Schritt gerundet wird, die andere Fraktion bzw. Fraktionen aus dem Prozess ausgeschleust oder zurückgeführt werden.

Nach EP 0 191 278 ist eine Farbpräparation für die Färbung von Baustoffen mit anorganischen Metalloxiden bekannt, die aus einem schüttfähigen Feuchtgranulat besteht. Dort ist auch vorgesehen, auf das Granulat ein als Trennmittel dienendes Pulver aufzustreuen, damit das Granulat auch in Großbehältern schüttfähig bleibt und das Granulat nur zum Teil getrocknet werden muss.

Nachteilig ist dabei, dass bei diesem Feuchtgranulat-Trennmittel-Gemisch keine gleichmäßige Verteilung des Trennmittels gewährleistet ist und dass aufgrund der Granalienform die Fließfähigkeit eingeschränkt ist.

Ferner sind nach DE 39 18 694 C 1 und nach DE 41 03 531 A 1 Verfahren bekannt, Sprühgranulate mit zuvor eingemischten anorganischen Bindemitteln herzustellen. Dabei ist es nach DE 41 03 531 A1 möglich, Feinteilchen durch eine zusätzliche Aufbaugranulierung an die Kerne zu binden. Als nachteilig wirken sich bei beiden Verfahren der hohe Verbrauch an Trocknungsenergie aus.

Bei dem in DE 39 18 694 C1 beschriebenen Verfahren wird eine in Tropfenform versprühte Pigmentsuspension im heißen Gasstrom zu Pigmentmikrogranulaten getrocknet. Das Zerstäuben der Suspension erfolgt über Zentrifugalzerstäuber,



Druckdüse oder Zweistoffdüse. Die Stabilität der Granalien wird durch zuvor in die wässrige Pigmentoxidsuspension eingemischten anorganischen Bindemitteln erreicht. Nachteilig ist hierbei der hohe Staubanteil und das schlechte Fließverhalten.

5

Ungünstig ist außerdem, dass die Pigmentoxide der Granalien mit anorganischen Bindemitteln durchmischt sind, wodurch die Transport- und Lagerstabilität gewährleistet werden soll.

10

Bei dem in DE 41 035 31 A1 vorgeschlagenen Verfahren ist zwar während einer Nachgranulierung auch das Besprühen mit wässrigen Lösungen von anorganischen Bindemitteln vorgesehen, jedoch entspricht dies eher einem Anbinden von Feinteilen an die Granulatkerne und somit einem Aufgranulieren der Staubpartikel des Gemischs. Am Granulatkern kann damit auch eine abriebgefährdete Außenschale von Partikeln und Bindemitteln entstehen.

15

Nach einem in DE 197 31 698 A1 beschriebenen Verfahren werden im wesentlichen Pressgranulate mit Linienkräften  $> 15 \text{ kN/cm}$  hergestellt, die in der Regel zerkleinert und gegebenenfalls gerundet werden. Hier wird ebenfalls wie in DE 196 38 042 A1 das Pigmentpulver mit Bindemitteln gemischt. Zur späteren Auflösung der Haftkräfte werden Netz- und/oder Sprengmitteln in das Gemisch mit eingebracht. Hierbei sind schädliche Wirkungen solcher Substanzen auf die Eigenschaften der eingefärbten Baustoffe nicht auszuschließen.

20

25

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Granulat sowie ein Verfahren zur wirtschaftlichen Herstellung dieses Granulates anzugeben, welches sich nach seiner Zugabe in einen zu färbenden Baustoff mit hoher Geschwindigkeit aufzuschließen vermag.

30

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe mit den kennzeichnenden Merkmalen der Ansprüche 1 und 4 gelöst.

5           Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

Die Erfindung weist eine Reihe von Vorteilen auf.

10           Die Granalien sind aus einem Kern ohne Bindemittel und aus einer Hülle aufgebaut. Die Hülle passt sich der Oberfläche der Granalie an, umschließt diese vollständig und bewirkt die mechanische Festigkeit. Dabei wird auf das Durchmischen des Pigmentoxidpulvers mit Bindemitteln, Emulgatoren, Netzmitteln, Dispergiermitteln und Konservierungsstoffen verzichtet und ein Pigment-Wasser-  
15           Gemisch hergestellt und granuliert. Die Verwendung von Wasser hat gegenüber den im Stand der Technik verwendeten Hilfsmitteln den Vorteil, dass es im Prozess wieder ausgetrieben werden kann. Die physikalischen Eigenschaften der Granalien, wie Transport- und Lagerfähigkeit werden durch die Hüllenbeschaffenheit bewirkt und sind deshalb reproduzierbar und beständig. Vorteilhaft ist bei der  
20           Herstellung der Granalien die Möglichkeit des Trennens von Nutz- und Rückführkörnung.

Es ist auch möglich, nach dem erfindungsgemäßen Verfahren bindemittelfreie Granalien herzustellen und diese mit einer Schmelze durch Aufsprühen zu umhüllen. Das Umhüllungsmaterial muß eine Schmelztemperatur  $> 60^{\circ}\text{C}$  besitzen und kann z.B. aus Wachs bestehen. Vorteilhaft ist dabei, die Erhärtung der Hülle durch  
25           Abkühlung mit einem Luftstrom regelbarer Temperatur zu bewirken.

Das erfindungsgemäße Granulat besitzt zum Zeitpunkt des Transports eine feste  
30           Hülle annähernd gleicher Beschaffenheit und Dicke. Durch Klassifizierung der

Korngröße und Erzeugung einer Umhüllung gegebenenfalls mit Trocknung des Granulates kann das Stampfgewicht, die verbleibende Feuchtigkeit, die Hüllendicke und die Korngröße eingestellt und damit optimal an die jeweils gewünschten Bedingungen angepasst werden. Das erfindungsgemäße Granulat zeichnet sich durch eine gute Baustoffverträglichkeit aus.

5

Durch die Anordnung einer Hülle um die Granalienkerne liegt nach Zugabe des Granulates und Zerstörung der Hülle das Farbpigment im Baustoff ohne feste Bindung vor, so dass das Desagglomerieren der Granalien mit sehr hoher Geschwindigkeit erfolgt, da die Granalien auf Grund des Verzichtes auf Bindemittel im Granalienkern dort nur sehr geringe Bindekräfte aufweisen. Das gute Auflösungsvermögen der umhüllten Granalien erlaubt den Einsatz von Granalien mit größeren Korndurchmessern. Weiterhin sind der geringe Fremdstoffanteil in den Farbpigmenten der umhüllten Granalien sowie die universelle Einsetzbarkeit des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung der Umhüllung für alle bisher bekannten Verfahren der Granulierung wie zum Beispiel Preßgranulierung, Wirbelschichtgranulierung, Sprühgranulierung oder Aufbaugranulierung vorteilhaft.

10

15

20

Die Erfindung wird im Folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Dazu zeigt:

25

Figur 1 eine schematisierte Darstellung des Verfahrensablaufs zur Herstellung umhüllter Granalien.

Wie aus Figur 1 ersichtlich ist, werden einem Farbpigmentbunker 1 pulverförmige Farbpigmente mittels einer Dosiervorrichtung entnommen und einem Zwangsmischer 2 zugeführt. In diesem Zwangsmischer 2 wird zur Bildung von Granalien Wasser in einem Anteil zwischen 10% und 30% zugesetzt. Der Austrag des

5 Mischers 2 wird einem Vorgranulator 3 zugeführt, welcher ein Vorgranulat der gewünschten Korngröße herstellt. Dieses Vorgranulat wird einem Pelletierteller 4 zugeführt und verdichtet. Durch eine modifizierbare Tellereinstellung wird überwiegend eine Nutzkorngröße von 0,5 bis 1,5 mm hergestellt. Der Austrag des

10 Tellers 4 wird einem Schwingsieb 5 zugeführt, auf dem Überkorn mit einer Korngröße von mehr als 1,5 mm abgetrennt wird. Die durch das Schwingsieb 5 abgetrennte Nutzkornfraktion von 0,5 bis 1,5 mm wird einer kontinuierlich arbeitenden Trommel 6 zugegeben, in der mittels Sprühdüsen 6.1 Polyvinylalkohol in wässriger Suspension als zunächst flüssiges Umhüllungsmaterial aufgesprüht wird.

15 Der Trommel 6 wird im Bereich einer Trocknungszone 6.2 kontinuierlich Trockenluft 6.3 zugeführt, wodurch der Wassergehalt der besprühten Granalien auf einen Wert von weniger als 0,5% reduziert und die Verfestigung des Umhüllungsmaterials realisiert werden. Durch die Trockenluft 6.3 werden Feingutanteile des Farbpigmentstoffes in der Trommel 6 aufgenommen, in einer Entstaubungsanlage 8 abgeschieden und dem Mischer 2 zugeführt. Der Austrag der Trommel 6

20 wird als umhülltes Farbgranulat dem Fertiggutsilo 7 zugeführt und dort gespeichert.

25

30

5

BEZUGSZEICHENLISTE

- |    |     |                   |
|----|-----|-------------------|
|    | 1   | Farbpigmentbunker |
|    | 2   | Mischer           |
| 10 | 3   | Vorgranulator     |
|    | 4   | Pelletierteller   |
|    | 5   | Schwingsieb       |
|    | 6   | Trommel           |
|    | 6.1 | Sprühdüsen        |
| 15 | 6.2 | Trocknungszone    |
|    | 6.3 | Trockenluft       |
|    | 7   | Fertiggutsilo     |
|    | 8   | Entstaubung       |

20

PATENTANSPRÜCHE

- 5 1. Farbpigmentgranalien für das Einfärben von Baustoffen, insbesondere zum Einfärben von Beton, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Granalien aus bindemittelfreien Granalienkernen der Korngröße 0,1 bis 8 mm bestehen, die mit einer Umhüllungsschicht aus einem zerstörbaren Material umgeben sind und dass die Granalien einen Feuchtegehalt  $< 30 \%$  aufweisen.
- 10 2. Farbpigmentgranalien zum Einfärben von Beton nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Umhüllungsschicht aus organischen Stoffen oder aus einem Gemisch aus anorganischen und organischen Stoffen besteht.
- 15 3. Farbpigmentgranalien nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Granalien eine Korngröße 0,5 bis 1,5 mm und einen Feuchtegehalt  $< 5 \%$  aufweisen
- 20 4. Verfahren zur Herstellung von Farbpigmentgranalien, insbesondere zur Herstellung von Granalien nach einem der vorgenannten Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass in einem Vorgranulator (3) bindemittelfreie Granalien hergestellt, diese unmittelbar nach der Granulierung verdichtet, anschließend einer Klassierung zugeführt werden und schließlich die durch die Klassierung ausgesonderte Nutzkornfraktion mit einem Umhüllungsmaterial umhüllt wird.
- 25 5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Umhüllungsmaterial in gelöster Form mittels Sprühdüsen (6.1) auf die Granalien aufgebracht wird und die Verfestigung der Umhüllung durch die Zuführung von Trockenluft (6.3) erfolgt.

6. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Umhüllung aus einem geschmolzenen Material mit einer Schmelztemperatur  $> 60\text{ }^{\circ}\text{C}$  mittels Sprühdüsen auf die Granalien aufgebracht wird und die Verfestigung der Umhüllung durch Abkühlung erfolgt.

5

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass in den Granalien enthaltenes Granulierwasser durch einen Trocknungsprozess weitgehend ausgetrieben wird.





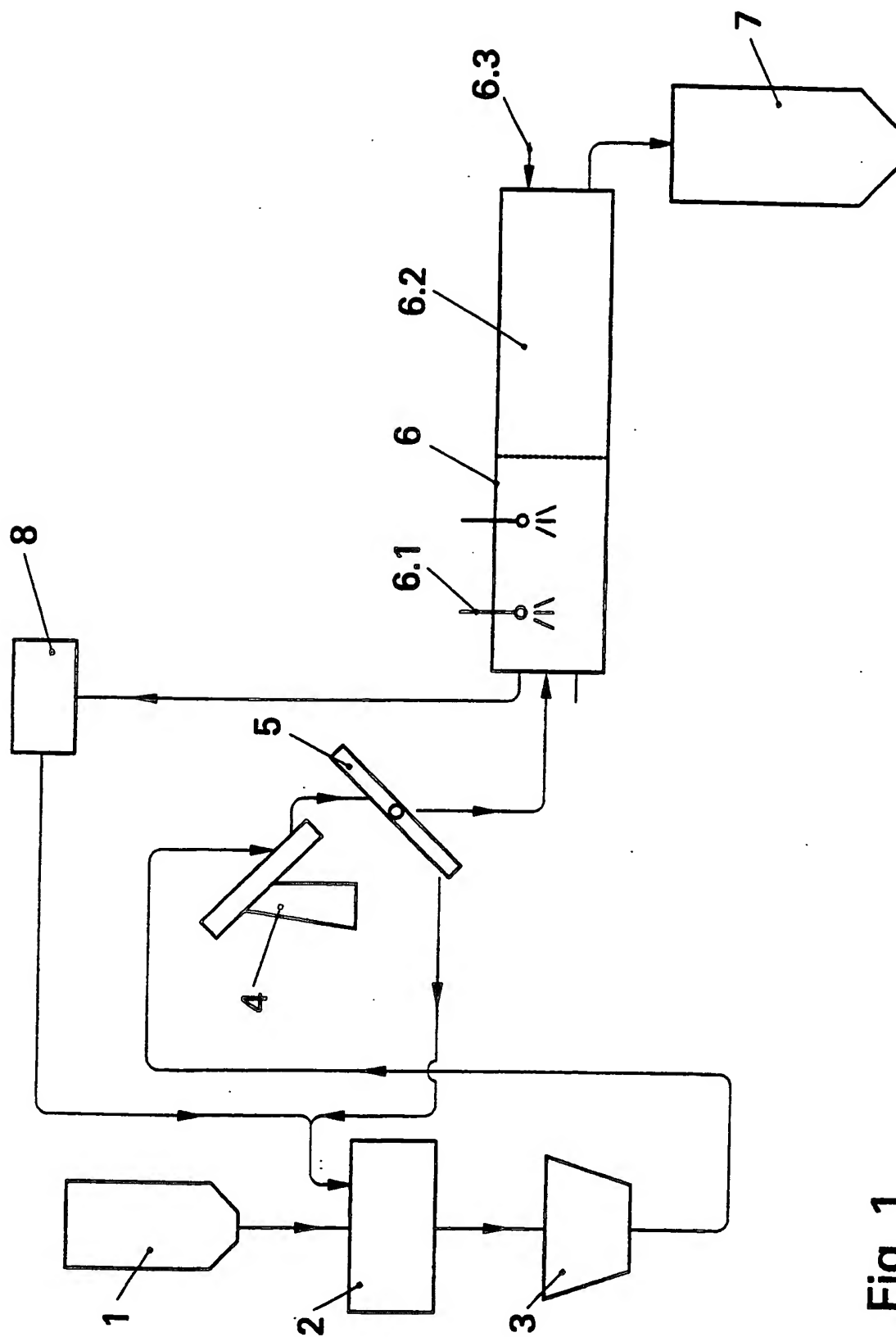


Fig. 1



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Application No  
PCT/DE 00/03690

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C04B18/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 002 609 A (RADEMACHERS JAKOB ET AL) 26 March 1991 (1991-03-26) column 1, line 38 - line 63; claim 1; example 2	1
A	US 5 215 583 A (LINDE GUENTER ET AL) 1 June 1993 (1993-06-01) column 2, line 36 - line 53; example 1	1
A	US 5 797 988 A (SCHMIDT-PARK OLAF ET AL) 25 August 1998 (1998-08-25) column 6, line 18 - line 38; claim 1; example 1	1
A	DE 197 31 698 A (BROCKHUES CHEM WERKE AG) 28 January 1999 (1999-01-28) cited in the application column 5, line 9 - line 28; claim 1	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

\*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

\*E\* earlier document but published on or after the international filing date

\*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

\*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

\*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

4 April 2001

Date of mailing of the international search report

11/04/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Rauscher, M

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 00/03690

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5002609	A	26-03-1991	DE 3910779 A	11-10-1990
			AU 630939 B	12-11-1992
			AU 5238490 A	11-10-1990
			DE 59000595 D	28-01-1993
			EP 0395872 A	07-11-1990
			JP 2286754 A	26-11-1990
			JP 2558916 B	27-11-1996
US 5215583	A	01-06-1993	DE 4119667 A	17-12-1992
			CA 2071049 A	15-12-1992
			DE 59203797 D	02-11-1995
			EP 0518152 A	16-12-1992
			JP 2553283 B	13-11-1996
			JP 5193999 A	03-08-1993
US 5797988	A	25-08-1998	DE 19638042 A	23-10-1997
			AU 710432 B	23-09-1999
			AU 1784597 A	23-10-1997
			AU 711243 B	07-10-1999
			AU 1784697 A	23-10-1997
			CA 2202705 A	18-10-1997
			CA 2202706 A	18-10-1997
			CN 1167786 A	17-12-1997
			CN 1168396 A	24-12-1997
			DE 19649756 A	23-10-1997
			EP 0802242 A	22-10-1997
			EP 0802241 A	22-10-1997
			JP 3130827 B	31-01-2001
			JP 10060302 A	03-03-1998
			JP 10060300 A	03-03-1998
			US 6079644 A	27-06-2000
DE 19731698	A	28-01-1999	AU 8542798 A	16-02-1999
			WO 9905074 A	04-02-1999
			EP 0999998 A	17-05-2000
			PL 337829 A	11-09-2000

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 00/03690

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 C04B18/02

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C04B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, EPO-Internal

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 5 002 609 A (RADEMACHERS JAKOB ET AL) 26. März 1991 (1991-03-26) Spalte 1, Zeile 38 - Zeile 63; Anspruch 1; Beispiel 2	1
A	US 5 215 583 A (LINDE GUENTER ET AL) 1. Juni 1993 (1993-06-01) Spalte 2, Zeile 36 - Zeile 53; Beispiel 1	1
A	US 5 797 988 A (SCHMIDT-PARK OLAF ET AL) 25. August 1998 (1998-08-25) Spalte 6, Zeile 18 - Zeile 38; Anspruch 1; Beispiel 1	1
A	DE 197 31 698 A (BROCKHUES CHEM WERKE AG) 28. Januar 1999 (1999-01-28) in der Anmeldung erwähnt Spalte 5, Zeile 9 - Zeile 28; Anspruch 1	1

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*G\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

4. April 2001

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

11/04/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Rauscher, M

# INTERNATIONALER RESEARCHBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internat. Aktenzeichen

PCT/DE 00/03690

Im Researchbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5002609 A	26-03-1991	DE 3910779 A	11-10-1990
		AU 630939 B	12-11-1992
		AU 5238490 A	11-10-1990
		DE 59000595 D	28-01-1993
		EP 0395872 A	07-11-1990
		JP 2286754 A	26-11-1990
		JP 2558916 B	27-11-1996
US 5215583 A	01-06-1993	DE 4119667 A	17-12-1992
		CA 2071049 A	15-12-1992
		DE 59203797 D	02-11-1995
		EP 0518152 A	16-12-1992
		JP 2553283 B	13-11-1996
		JP 5193999 A	03-08-1993
US 5797988 A	25-08-1998	DE 19638042 A	23-10-1997
		AU 710432 B	23-09-1999
		AU 1784597 A	23-10-1997
		AU 711243 B	07-10-1999
		AU 1784697 A	23-10-1997
		CA 2202705 A	18-10-1997
		CA 2202706 A	18-10-1997
		CN 1167786 A	17-12-1997
		CN 1168396 A	24-12-1997
		DE 19649756 A	23-10-1997
		EP 0802242 A	22-10-1997
		EP 0802241 A	22-10-1997
		JP 3130827 B	31-01-2001
		JP 10060302 A	03-03-1998
		JP 10060300 A	03-03-1998
		US 6079644 A	27-06-2000
DE 19731698 A	28-01-1999	AU 8542798 A	16-02-1999
		WO 9905074 A	04-02-1999
		EP 0999998 A	17-05-2000
		PL 337829 A	11-09-2000

**Veröffentlicht:**

- Mit internationalem Recherchenbericht.
- Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen.

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*

(57) Zusammenfassung: Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Granulat sowie in Verfahren zur wirtschaftlichen Herstellung dieses Granulates anzugeben, welches sich nach seiner Zugabe in einen zu färbenden Baustoff mit hoher Geschwindigkeit aufzuschliessen vermag. Erfindungsgemäss gelingt die Lösung der Aufgabe dadurch, dass die Granalien aus bindemittelfreien Granalienkernen der Korngrösse 0,1 bis 8 mm bestehen, die mit einer Umhüllungsschicht aus einem zerstörbaren Material umgeben sind und dass die Granalien einen Feuchtegehalt < 30 % aufweisen und dass in einem Vorgranulator bindemittelfreie Granalien hergestellt, diese unmittelbar nach der Granulierung verdichtet, anschliessend einer Klassierung zugeführt werden und schliesslich die durch die Klassierung ausgesonderte Nutzkornfraktion mit einem Umhüllungsmaterial umhüllt wird. Die Erfindung betrifft Farbpigmentgranalien für das Einfärben von Baustoffen, insbesondere zum Einfärben von Beton, sowie ein Verfahren zur Herstellung von Farbpigmentgranalien.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



5

FARBPIGMENTGRANALIEN  
UND VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG

10

Die Erfindung betrifft Farbpigmentgranalien für das Einfärben von Baustoffen, insbesondere zum Einfärben von Beton, sowie ein Verfahren zur Herstellung von Farbpigmentgranalien.

20

25

Üblicherweise werden Farbpulver für Betonfarben zur Erzielung einer guten Dosier- und Transportfähigkeit sowie zur Reduzierung der Staubentwicklung granuliert. Im Stand der Technik sind verschiedene Granalien zum Einfärben von Beton bekannt, wobei die Granalien zur Erzielung einer ausreichenden Granalienfestigkeit aus einem weitgehend homogenen Gemisch aus Farbpulver und einem Bindemittel hergestellt werden. Nachteilig bei diesen bekannten Granalien ist die aufgrund weitgehend homogener Bindemittelverteilung geringe Auflösegeschwindigkeit. Bisher konnte eine Erhöhung der Auflösegeschwindigkeit zum Beispiel durch eine Reduzierung der Granaliengröße erzielt werden, was jedoch zu einer erhöhten Staubentwicklung beim Transport und bei der Verarbeitung führt. Außerdem ist der Zusatz von Dispergier- und Netzmitteln zu den Granalien erforderlich.

30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

In DE 196 38 042 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung von anorganischen Press- oder Brikettiergranulaten aus anorganischen Pigmenten mit Hilfsmitteln beschrieben, bei dem ein oder mehrere Pigmente mit einem oder mehreren die Verarbeitbarkeit fördernden Hilfsmitteln vermischt werden, diese Mischung einem Press- oder Brikettierschritt unterworfen wird, dieses gepresste oder brikettierte Produkt

5 zerkleinert wird, das zerkleinerte Produkt in zwei oder mehrere Fraktionen aufgetrennt wird, die Fraktion, in der mindestens 85% der Teilchen größer 80 µm, bevorzugt größer 100 µm, sind oder zwischen 80 und 2000 µm, bevorzugt zwischen 100 und 1000 µm, liegen, als Produkt entnommen wird und gegebenen-

10 falls in einem weiteren Schritt gerundet wird, die andere Fraktion bzw. Fraktionen aus dem Prozess ausgeschleust oder zurückgeführt werden.

Nach EP 0 191 278 ist eine Farbpräparation für die Färbung von Baustoffen mit anorganischen Metalloxiden bekannt, die aus einem schüttfähigen Feuchtgranulat

15 besteht. Dort ist auch vorgesehen, auf das Granulat ein als Trennmittel dienendes Pulver aufzustreuen, damit das Granulat auch in Großbehältern schüttfähig bleibt und das Granulat nur zum Teil getrocknet werden muss.

Nachteilig ist dabei, dass bei diesem Feuchtgranulat-Trennmittel-Gemisch keine gleichmäßige Verteilung des Trennmittels gewährleistet ist und dass aufgrund der

20 Granalienform die Fließfähigkeit eingeschränkt ist.

Ferner sind nach DE 39 18 694 C 1 und nach DE 41 03 531 A 1 Verfahren bekannt, Sprühgranulate mit zuvor eingemischten anorganischen Bindemitteln herzustellen. Dabei ist es nach DE 41 03 531 A1 möglich, Feinteilchen durch eine

25 zusätzliche Aufbaugranulierung an die Kerne zu binden. Als nachteilig wirken sich bei beiden Verfahren der hohe Verbrauch an Trocknungsenergie aus.

Bei dem in DE 39 18 694 C1 beschriebenen Verfahren wird eine in Tropfenform versprühte Pigmentsuspension im heißen Gasstrom zu Pigmentmikrogranulaten

30 getrocknet. Das Zerstäuben der Suspension erfolgt über Zentrifugalzerstäuber,

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Druckdüse oder Zweistoffdüse. Die Stabilität der Granalien wird durch zuvor in die wässrige Pigmentoxidsuspension eingemischten anorganischen Bindemitteln erreicht. Nachteilig ist hierbei der hohe Staubanteil und das schlechte Fließverhalten.

5

Ungünstig ist außerdem, dass die Pigmentoxide der Granalien mit anorganischen Bindemitteln durchmischt sind, wodurch die Transport- und Lagerstabilität gewährleistet werden soll.

10

Bei dem in DE 41 035 31 A1 vorgeschlagenen Verfahren ist zwar während einer Nachgranulierung auch das Besprühen mit wässrigen Lösungen von anorganischen Bindemitteln vorgesehen, jedoch entspricht dies eher einem Anbinden von Feinteilen an die Granulatkerne und somit einem Aufgranulieren der Staubpartikel des Gemischs. Am Granulatkern kann damit auch eine abriebgefährdete Außenschale von Partikeln und Bindemitteln entstehen.

15

Nach einem in DE 197 31 698 A1 beschriebenen Verfahren werden im wesentlichen Pressgranulate mit Linienkräften  $> 15 \text{ kN/cm}$  hergestellt, die in der Regel zerkleinert und gegebenenfalls gerundet werden. Hier wird ebenfalls wie in DE 196 38 042 A1 das Pigmentpulver mit Bindemitteln gemischt. Zur späteren Auflösung der Haftkräfte werden Netz- und/oder Sprengmitteln in das Gemisch mit eingebracht. Hierbei sind schädliche Wirkungen solcher Substanzen auf die Eigenschaften der eingefärbten Baustoffe nicht auszuschließen.

20

25

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Granulat sowie ein Verfahren zur wirtschaftlichen Herstellung dieses Granulates anzugeben, welches sich nach seiner Zugabe in einen zu färbenden Baustoff mit hoher Geschwindigkeit aufzuschließen vermag.

30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe mit den kennzeichnenden Merkmalen der Ansprüche 1 und 4 gelöst.

5           Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

Die Erfindung weist eine Reihe von Vorteilen auf.

10           Die Granalien sind aus einem Kern ohne Bindemittel und aus einer Hülle aufgebaut. Die Hülle passt sich der Oberfläche der Granalie an, umschließt diese vollständig und bewirkt die mechanische Festigkeit. Dabei wird auf das Durchmischen des Pigmentoxidpulvers mit Bindemitteln, Emulgatoren, Netzmitteln, Dispergiermitteln und Konservierungsstoffen verzichtet und ein Pigment-Wasser-  
15           Gemisch hergestellt und granuliert. Die Verwendung von Wasser hat gegenüber den im Stand der Technik verwendeten Hilfsmitteln den Vorteil, dass es im Prozess wieder ausgetrieben werden kann. Die physikalischen Eigenschaften der Granalien, wie Transport- und Lagerfähigkeit werden durch die Hüllenbeschaffenheit bewirkt und sind deshalb reproduzierbar und beständig. Vorteilhaft ist bei der  
20           Herstellung der Granalien die Möglichkeit des Trennens von Nutz- und Rückführkörnung.

Es ist auch möglich, nach dem erfindungsgemäßen Verfahren bindemittelfreie Granalien herzustellen und diese mit einer Schmelze durch Aufsprühen zu umhüllen. Das Umhüllungsmaterial muß eine Schmelztemperatur  $> 60^{\circ}\text{C}$  besitzen und kann z.B. aus Wachs bestehen. Vorteilhaft ist dabei, die Erhärtung der Hülle durch  
25           Abkühlung mit einem Luftstrom regelbarer Temperatur zu bewirken.

Das erfindungsgemäße Granulat besitzt zum Zeitpunkt des Transports eine feste  
30           Hülle annähernd gleicher Beschaffenheit und Dicke. Durch Klassifizierung der

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



5 Korngröße und Erzeugung einer Umhüllung gegebenenfalls mit Trocknung des Granulates kann das Stampfgewicht, die verbleibende Feuchtigkeit, die Hüllendicke und die Korngröße eingestellt und damit optimal an die jeweils gewünschten Bedingungen angepasst werden. Das erfindungsgemäße Granulat zeichnet sich durch eine gute Baustoffverträglichkeit aus.

10 Durch die Anordnung einer Hülle um die Granalienkerne liegt nach Zugabe des Granulates und Zerstörung der Hülle das Farbpigment im Baustoff ohne feste Bindung vor, so dass das Desagglomerieren der Granalien mit sehr hoher Geschwindigkeit erfolgt, da die Granalien auf Grund des Verzichtes auf Bindemittel im Granalienkern dort nur sehr geringe Bindekräfte aufweisen. Das gute Auflösungsvermögen der umhüllten Granalien erlaubt den Einsatz von Granalien mit größeren Korndurchmessern. Weiterhin sind der geringe Fremdstoffanteil in den Farbpigmenten der umhüllten Granalien sowie die universelle Einsetzbarkeit des  
15 erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung der Umhüllung für alle bisher bekannten Verfahren der Granulierung wie zum Beispiel Preßgranulierung, Wirbelschichtgranulierung, Sprühgranulierung oder Aufbaugranulierung vorteilhaft.

20 Die Erfindung wird im Folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

25 Dazu zeigt:

Figur 1 eine schematisierte Darstellung des Verfahrensablaufs zur Herstellung umhüllter Granalien.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Wie aus Figur 1 ersichtlich ist, werden einem Farbpigmentbunker 1 pulverförmige Farbpigmente mittels einer Dosiervorrichtung entnommen und einem Zwangsmischer 2 zugeführt. In diesem Zwangsmischer 2 wird zur Bildung von Granalien Wasser in einem Anteil zwischen 10% und 30% zugesetzt. Der Austrag des Mischers 2 wird einem Vorgranulator 3 zugeführt, welcher ein Vorgranulat der gewünschten Korngröße herstellt. Dieses Vorgranulat wird einem Pelletierteller 4 zugeführt und verdichtet. Durch eine modifizierbare Tellereinstellung wird überwiegend eine Nutzkorngröße von 0,5 bis 1,5 mm hergestellt. Der Austrag des Tellers 4 wird einem Schwingsieb 5 zugeführt, auf dem Überkorn mit einer Korngröße von mehr als 1,5 mm abgetrennt wird. Die durch das Schwingsieb 5 abgetrennte Nutzkornfraktion von 0,5 bis 1,5 mm wird einer kontinuierlich arbeitenden Trommel 6 zugegeben, in der mittels Sprühdüsen 6.1 Polyvinylalkohol in wässriger Suspension als zunächst flüssiges Umhüllungsmaterial aufgesprüht wird. Der Trommel 6 wird im Bereich einer Trocknungszone 6.2 kontinuierlich Trockenluft 6.3 zugeführt, wodurch der Wassergehalt der besprühten Granalien auf einen Wert von weniger als 0,5% reduziert und die Verfestigung des Umhüllungsmaterials realisiert werden. Durch die Trockenluft 6.3 werden Feingutanteile des Farbpigmentstoffes in der Trommel 6 aufgenommen, in einer Entstaubungsanlage 8 abgeschieden und dem Mischer 2 zugeführt. Der Austrag der Trommel 6 wird als umhülltes Farbgranulat dem Fertiggutsilo 7 zugeführt und dort gespeichert.

25

30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

5

BEZUGSZEICHENLISTE

	1	Farbpigmentbunker
	2	Mischer
10	3	Vorgranulator
	4	Pelletierteller
	5	Schwingsieb
	6	Trommel
	6.1	Sprühdüsen
15	6.2	Trocknungszone
	6.3	Trockenluft
	7	Fertiggutsilo
	8	Entstaubung
20		

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

### PATENTANSPRÜCHE

- 5           1. Farbpigmentgranalien für das Einfärben von Baustoffen, insbesondere zum Einfärben von Beton, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Granalien aus bindemittelfreien Granalienkernen der Korngröße 0,1 bis 8 mm bestehen, die mit einer Umhüllungsschicht aus einem zerstörbaren Material umgeben sind und dass die Granalien einen Feuchtegehalt  $< 30\%$  aufweisen.
- 10           2. Farbpigmentgranalien zum Einfärben von Beton nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Umhüllungsschicht aus organischen Stoffen oder aus einem Gemisch aus anorganischen und organischen Stoffen besteht.
- 15           3. Farbpigmentgranalien nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Granalien eine Korngröße 0,5 bis 1,5 mm und einen Feuchtegehalt  $< 5\%$  aufweisen
- 20           4. Verfahren zur Herstellung von Farbpigmentgranalien, insbesondere zur Herstellung von Granalien nach einem der vorgenannten Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass in einem Vorgranulator (3) bindemittelfreie Granalien hergestellt, diese unmittelbar nach der Granulierung verdichtet, anschließend einer Klassierung zugeführt werden und schließlich die durch die Klassierung ausgesonderte Nutzkornfraktion mit einem Umhüllungsmaterial umhüllt wird.
- 25           5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Umhüllungsmaterial in gelöster Form mittels Sprühdüsen (6.1) auf die Granalien aufgebracht wird und die Verfestigung der Umhüllung durch die Zuführung von Trockenluft (6.3) erfolgt.
- 30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



6. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Umhüllung aus einem geschmolzenen Material mit einer Schmelztemperatur  $> 60\text{ }^{\circ}\text{C}$  mittels Sprühdüsen auf die Granalien aufgebracht wird und die Verfestigung der Umhüllung durch Abkühlung erfolgt.

5

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass in den Granalien enthaltenes Granulierwasser durch einen Trocknungsprozess weitgehend ausgetrieben wird.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

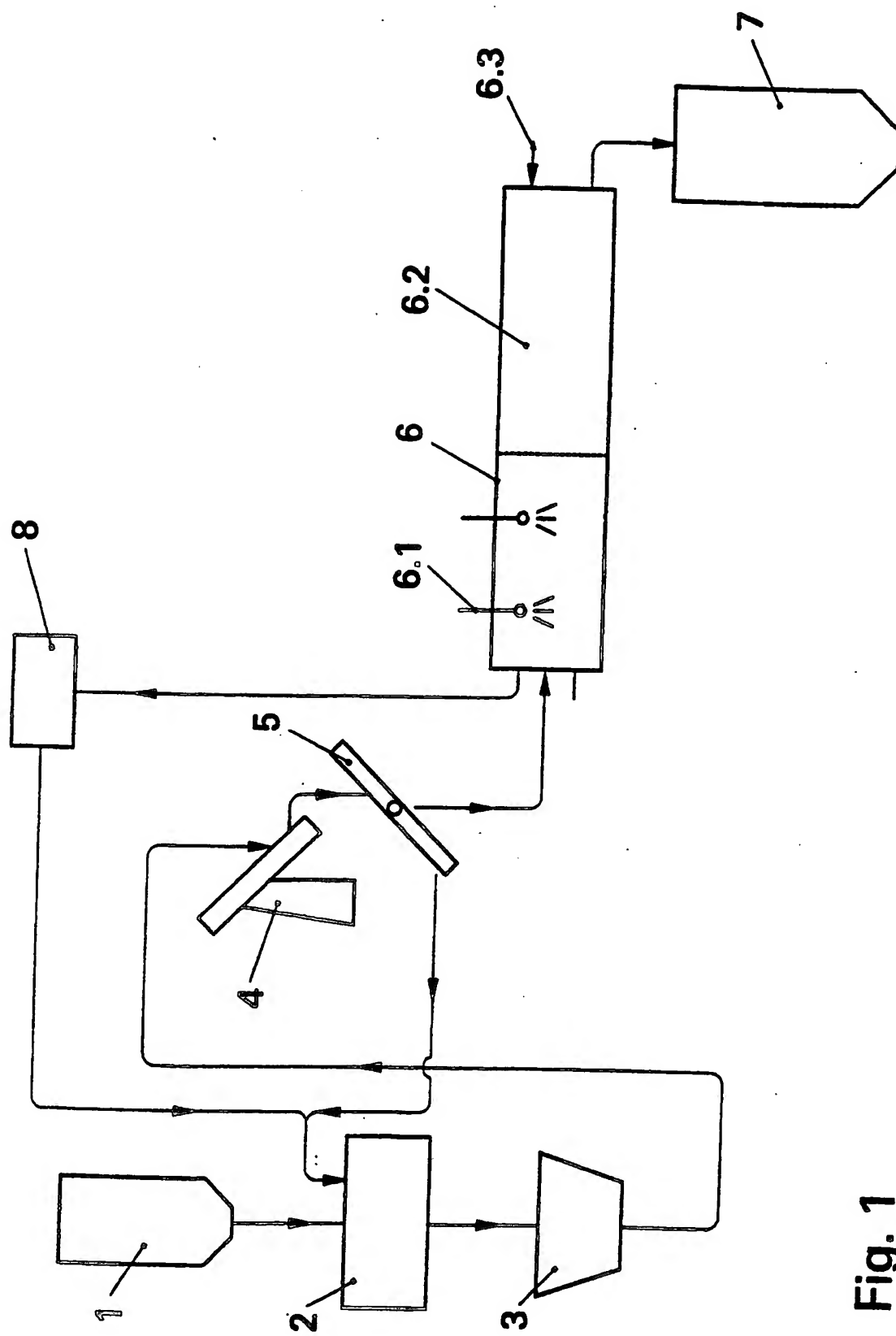


Fig. 1

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**